



①⑨ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

⑫ **Patentschrift**  
⑩ **DE 198 41 968 C 1**

⑤① Int. Cl.<sup>7</sup>:  
**G 01 N 25/18**  
G 01 N 3/60

②① Aktenzeichen: 198 41 968.6-52  
②② Anmeldetag: 14. 9. 1998  
④③ Offenlegungstag: –  
④⑤ Veröffentlichungstag  
der Patenterteilung: 29. 6. 2000

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

⑦③ Patentinhaber:

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, 76133  
Karlsruhe, DE

⑦② Erfinder:

Schulz, Brigitte, Dr., 76344  
Eggenstein-Leopoldshafen, DE; Krafft, Gerd, Dr.,  
76344 Eggenstein-Leopoldshafen, DE; Dusza, Lazlo,  
Dr., 76229 Karlsruhe, DE

⑤⑥ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht  
gezogene Druckschriften:

DE 35 31 215 A1  
DE 33 37 000 T1  
J. Appl. Phys. (1986), 59(2), S.348-357;

⑤④ Verfahren zur Bestimmung der Haftung in einem Schichtverbund

⑤⑦ Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Bestimmung  
der Haftung in einem Schichtverbund.  
Aufgabe der Erfindung ist es, das Verfahren so auszuge-  
stalten, daß die Haftung aus Temperatur-Zeitmessungen  
bestimmt werden kann. Gelöst wird diese Aufgabe durch  
Bestrahlen einer Seite des Schichtverbundes mit einem  
kurzen Laserimpuls, Erfassen des zeitlichen Temperatur-  
verlaufs, der durch diesen Laserimpuls verursacht wird  
auf der anderen Seite des Schichtverbundes, Bestimmen  
des thermischen Kontaktwiderstandes durch Anpassen  
des zeitlichen Temperaturverlaufs an die mathematische  
Lösung eines Zweischichtenmodells.

DE 198 41 968 C 1

DE 198 41 968 C 1

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Bestimmung der Haftung in einem Schichtverbund.

Verbindungswerkstoffe zum Fügen von Teilen werden in der Industrie in zunehmendem Maß eingesetzt.

Die meisten praktizierten Prüfverfahren zur Bestimmung der Haftfestigkeit, wie z. B. der Zugtest sind zerstörend. Die wenigen zerstörungsfreien Methoden, wie z. B. die Ultraschalluntersuchung, liefern nur Information über die Fehlstellen, aber nicht über die Güte des Kontakts (Habenicht G., 1997, "Kleben", Springer Verlag). Beim Laserflash-Prinzip (Bräuer G., Dusza L., Schulz B.: "The New Laser Flash Equipment LFA-427". Interceram 41 7/8, 1992.) wird dem Probekörper an der vorderen Seite kurzzeitig ein Energiepuls zugeführt und die Temperaturänderung an der Rückseite wird gemessen. Die Zeit des Temperaturanstiegs hängt in erster Linie bei homogenen Materialien von der Länge und Temperaturleitfähigkeit der Probe ab. Die Laserflash-Methode wird weltweit zur Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit benutzt. Die Ansätze zur Bestimmung des thermischen Kontaktwiderstands mit der Laserflash-Methode waren wegen der unvollständigen mathematischen Lösung nicht erfolgreich (Balageas D. L., Krapez J. C., Cielo P., 1986, "Pulsed photo-thermal modeling of layered material", J. Appl. Phys., 59 (2) 348-57).

Der thermische Kontaktwiderstand, als das Maß für die Verbindung zweier Materialien, kann nun mit dem neuen korrekten mathematischen Modell (Dusza L., 1996, "Determination of Thermal Contact Resistance with Heat Loss Correction Using the Flash Method". High Temp.-High Press, 1995/1996, 27/28, 475-483) bestimmt werden.

Aus der DE 33 37 000 T1 ist ein Verfahren zur Bestimmung von Eigenschaften von Oberflächenschichten bekannt, bei dem mit einem frequenzmodulierten Lichtstrahl eine thermische Oberflächenwelle erzeugt wird. Aus dem Phasenwinkel der thermischen Welle kann die Schichtdicke bestimmt werden.

Des weiteren ist aus der DE 35 31 215 A2 ein Verfahren bekannt, bei dem mit Hilfe von Wärmeleitfähigkeitsmessungen Fehler in der Anhaftung einer Oberflächenschicht auf einem Träger qualitativ bestimmt werden können. Quantitative Aussagen über die Haftung der Schicht können bei beiden Verfahren nicht gewonnen werden.

Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren zur Bestimmung der Haftung in einem Schichtverbund zur Verfügung zu stellen, welches auf einer Temperatur-Zeitmessung beruht.

Gelöst wird diese Aufgabe durch die Merkmale des Patentanspruchs 1. Die Unteransprüche beschreiben vorteilhafte Ausgestaltungen des Verfahrens.

Der thermische Kontaktwiderstand ist der Widerstand des Wärmetransports an einer Grenzfläche. Ein hoher thermischer Kontaktwiderstand bedeutet schlechte Übertragung der Wärmewellen, was auf eine schlechte Ankopplung der zwei Materialien an der Grenzfläche hinweist. Der thermische Kontaktwiderstand ist dementsprechend umgekehrt proportional zur Adhäsion. Das erfindungsgemäße Verfahren beruht darauf, daß die Haftung aus dem thermischen Kontaktwiderstand bestimmt werden kann. Dieses neue zerstörungsfreie, berührungslose und schnelle Verfahren kann in der Industrie zur Bestimmung der Haftfestigkeit, bzw. zur Kontrolle des Aushärtungs- oder des Trocknungsprozesses im verbindenden Medium eingesetzt werden. Die Methode ist ebenfalls geeignet zur Ermittlung der Wärmeleitfähigkeit des Klebstoffes.

Gegenüber den Ultraschall-Verfahren wird mit dem neuen Verfahren nicht nur das Vorhandensein der Fehlstellen ermittelt (als Ja-Nein-Antwort), sondern die quantitativen Ergebnisse reagieren auf die feinen Änderungen in der Verbindung. Früher war die Erfassung der zeitlichen Änderung in der Verbindung nur mit anderer Art Prüfmethode möglich, wie DSC (Differential Scanning Calorimeter) oder DMA (Dynamic Mechanical Analyse).

Der thermische Kontaktwiderstand signalisiert Fehlstellen und Ungleichmäßigkeiten in einer Verbindung.

Die Methode des thermischen Kontaktwiderstands kann in der Produktion, Qualitätssicherung und in den Entwicklungslabors in den Gebieten wie z. B. Farben- und Lackindustrie, Klebstoffindustrie, Hersteller von Schichtwerkstoffen, Auto- und Flugzeugindustrie eingesetzt werden. Die Qualität von verschiedenen Verbindungstechniken kann ebenfalls untersucht werden, wie bei Lötten, Schweißen oder bei der Beschichtung mit Coatings (z. B. von Turbinen).

Mit der neuen Methode kann der zeitliche Verlauf von Trocknungs- und/oder Härtingsprozessen im Zwischenmedium ebenfalls untersucht werden.

Bei der Bestimmung der Haftfestigkeit eines Klebers wird zusätzlich die Wärmeleitfähigkeit des Klebstoffes ermittelt.

Die Dicke der zu untersuchenden Probe kann zwischen ca. 0.06 mm und 6 mm liegen.

Die Erfindung wird im folgenden anhand von Beispielen näher erläutert. Nach dem Auftreffen eines kurzen Laserimpulses auf eine Probe steigt die Temperatur der Probe auf der dem Laserimpuls abgewandten Seite an, geht durch ein Maximum und fällt dann wieder bis auf ihren Anfangswert ab. Dieser Temperaturverlauf wird z. B. mit einem IR-Sensor oder Thermoelement erfaßt.

Die gemessenen Daten werden normiert:

$$\text{data}[i] = (\text{data}[i] - \min) / (\max - \min)$$

wobei min und max das Minimum und das Maximum des Meßsignals sind.

Die theoretische Funktion (Gl.4) wird nach Lösung der transzendenten Gleichung (Gl.5) mit variablen Kontaktwiderstand und Biotzahlen solange berechnet, bis die Abweichung zu den Meßdaten minimal ist. Bei jeder Berechnung wird die theoretische Funktion dadurch normiert, daß das Maximum der Funktion erst gefunden und dann damit die Funktion dividiert wird.

Als optimaler thermischer Kontaktwiderstand wird der thermische Kontaktwiderstand bezeichnet, bei dem die Abweichung der theoretischen Funktion zu den Meßdaten am minimalsten ist.

Das Zweischichtmodell mit thermischem Kontaktwiderstand wird im folgenden beschrieben.

Das Differentialgleichungssystem für die Temperaturfunktionen in den zwei Schichten ist:

$$\frac{\partial T_1}{\partial t} = a_1 \frac{\partial^2 T_1}{\partial x^2}, \quad 0 < x < L_1, \quad (Gl. 1)$$

$$\frac{\partial T_2}{\partial t} = a_2 \frac{\partial^2 T_2}{\partial x^2}, \quad L_1 < x < L_2,$$

Die Randbedingungen sind:

$$k_1 \frac{\partial T_1}{\partial x} = h T_1, \quad x=0, \quad (Gl. 2)$$

$$k_1 \frac{\partial T_1}{\partial x} = -\frac{1}{R} (T_1 - T_2), \quad x=L_1,$$

$$k_1 \frac{\partial T_1}{\partial x} = k_2 \frac{\partial T_2}{\partial x}$$

$$-k_2 \frac{\partial T_2}{\partial x} = h T_2, \quad x=L_2.$$

Die Anfangstemperatur ist über Null mit der Ausnahme der dünnen Schicht, wo der Laser absorbiert wird:

$$T_1(x) = \frac{q_0}{C_p r g}, \quad 0 < x < g, \quad (Gl. 3a)$$

wobei  $g \ll L_1$  und

$$T_1(x) = T_2(x) = 0 \quad t=0, L_1 > x > g. \quad (Gl. 3b)$$

Die wichtigsten Schritte der Lösung sind auf Basis der Green'schen Funktion:

1. Lösung der Differentialgleichungen mit der Anfangstemperatur = 0

Die Separation der Variablen wird angewandt, wobei die Separationskonstante  $c^2 = a_1 (b_k/L_n)^2$  ist. Die resultierende Temperatur in der jeweiligen Schicht ist  $T^*_i$  hat die Form von  $\exp(-c^2 t) (A_{ik} \sin(cx/a_i) + B_{ik} \cos(cx/a_i))$ :

$$T^*_i(x, t) = \sum_{k=0}^{\infty} \exp(-a_1 (b_k/L_n)^2 t) (A_{ik} \sin(\frac{x}{L_n} \frac{\sqrt{a_1}}{\sqrt{a_i}} b_k) + B_{ik} \cos(\frac{x}{L_n} \frac{\sqrt{a_1}}{\sqrt{a_i}} b_k)) \quad 45$$

$$= \sum_{k=0}^{\infty} \exp(-a_1 (b_k/L_n)^2 t) (A_{ik} \sin(\frac{x}{L_n} X_i b_k) + B_{ik} \cos(\frac{x}{L_n} X_i b_k)) \quad 50$$

Die Berücksichtigung der Anfangstemperaturverteilung  $f(x)$  erfolgt durch den Green'schen Satz:

$$T_i = \int_{x=0}^{L_2} f(x) T^*_i dx = \lim_{g \rightarrow 0} \int_{x=0}^g \frac{q_0}{C_p r g} T^*_1 dx \quad 60$$

Die Lösung wurde in folgender Form gefunden:

# DE 198 41 968 C 1

$$T_2(x, t) / T_{\max} = [r_1 c_{p1} L_1 + r_2 c_{p2} (L_2 - L_1)] x \quad (G1.4)$$

$$\sum_{k=0}^{\infty} \exp(-a_1 (b_k/L_n)^2 t) \frac{b_k}{X_1 N(b_k)} (A_{2k} \sin(X_2 b_k) + B_{2k} \cos(X_2 b_k))$$

Die Eigenwerte  $b_k$  sind Lösungen folgender Gleichung:

$$D_1 + \frac{H_1}{X_1} D_{*1} = 0 \quad (G1.5)$$

wobei

$$D_1 = r_1 \sin \cos 1 H_2 \cos 2 + k_1 \sin \sin 1 H_2 \cos 2 - k_1 \sin \cos 1 H_2 \sin 2 + r_1 \sin \sin 1 H_2 \sin 2$$

$$D_{*1} = r_1 \cos \cos 1 H_2 \cos 2 + k_1 \cos \cos 1 H_2 \sin 2 + r_1 \cos \sin 1 H_2 \sin 2 - k_1 \cos \sin 1 H_2 \cos 2$$

Die Koeffizienten  $B_{1k}, A_{1k}$  sind:

$$B_{1k} = b_k \quad (G1.6a)$$

$$A_{1k} = \frac{H_1}{X_1} \quad (G1.6b)$$

$$A_{2k} = A_{1k} (-r_1 \cos \sin 1 + k_1 \cos \cos 1) + \quad (G1.6c)$$

$$B_{1k} (r_1 \sin \sin 1 - k_1 \sin \cos 1)$$

und

$$B_{2k} = A_{1k} (-k_1 \cos \sin 1 - r_1 \cos \cos 1) + \quad (G1.6d)$$

$$B_{1k} (k_1 \sin \sin 1 + r_1 \sin \cos 1).$$

Die Normfunktion lautet:

$$(G1.7)$$

$$N(b_k) =$$

**Fehler!**

$$+ A_{1k} B_{1k} \frac{1}{w_1} (\sin^2(w_i L_i) - \sin^2(w_i L_{i-1})),$$

$$(L_0 \equiv 0 \text{ wenn } i=1 !)$$

NOTATION (i = 1,2)

- $a_i$  Temperaturleitfähigkeit
- $k_i$  Wärmeleitfähigkeit,
- $C_{pi}$  die spezifische Wärmekapazität,
- $r_i$  Dichte,
- $L_i$  Dicke der Schicht,
- $R$  thermischer Kontaktwiderstand,
- $h$  Wärmeübergangszahl,
- $t$  Zeit,
- $T$  Temperatur,
- $q_0$  Laserenergiedichte,

$b_k$  Eigenwert,

$$X_i = \frac{\sqrt{a_1}}{\sqrt{a_i}} g = \frac{b_k}{L_n}, \quad w_i = X_i g, \quad 5$$

$$K_1 = \frac{k_1}{k_2} \frac{\sqrt{a_2}}{\sqrt{a_1}}, \quad r_i = R_i k_1 / L_2, \quad 10$$

$$H_1 = \frac{h_L}{k_1} L_2, \quad H_2 = \frac{h_L}{k_2} L_2, \quad 15$$

$$H_2 \sin 2 = \frac{H_2}{b_k} \sin(w_2 L_2) + \cos(w_2 L_2), \quad 20$$

$$H_2 \cos 2 = \frac{H_2}{b_k} \cos(w_2 L_2) - \sin(w_2 L_2), \quad 25$$

$$r_1 \cos = -b_k X_1 r_1 \cos(w_1 L_1) - \sin(w_1 L_1),$$

$$r_1 \sin = -b_k X_1 r_1 \sin(w_1 L_1) + \cos(w_1 L_1), \quad 30$$

$$k_1 \cos = K_1 \cos(w_1 L_1),$$

$$k_1 \sin = K_1 \sin(w_1 L_1), \quad 35$$

$$\sin 1 = \sin(w_2 L_1),$$

$$\cos 1 = \cos(w_2 L_1). \quad 40$$

Bestimmung der Qualität der Haftung wenn die thermischen Eigenschaften der Schichten ( $C_p$ ,  $r$ ,  $a$ ) nicht bekannt sind  
 Das Produkt ( $C_p \cdot r$ ) beider Schichten sei  $3.2 \text{ J/Kcm}^3$   
 Für die Temperaturleitfähigkeit beider Schichten wird die effektive Temperaturleitfähigkeit genommen.  
 Die effektive Temperaturleitfähigkeit wird wie folgt berechnet: 45

$$\alpha_{\text{eff}} = 0.1388 \cdot L^2 / t_{0.5},$$

wobei  $L$  die (Gesamt)Länge der Probe,  $t_{0.5}$  die Halbanstiegszeit ist.

Der optimale thermische Kontaktwiderstand und die optimalen Biotzahlen werden mit Hilfe des theoretischen Modells gesucht. 50

Der Fit der theoretischen Funktion zu den Meßdaten wird weiter dadurch verbessert, daß die Temperaturleitfähigkeit beider Schichten iterativ vermindert und der thermische Kontaktwiderstand gleichzeitig erhöht wird, während die Biotzahlen konstant gehalten werden.

Der so gefundene thermische Kontaktwiderstand wird als optimal geschätzter thermischer Kontaktwiderstand bezeichnet. 55

Soll die Messung quantifiziert werden, muß eine Kalibrierkurve aufgenommen werden.

Dazu werden Proben mit verschiedenen Verbindungseigenschaften hergestellt. Das kann durch unterschiedliche Mengenzugaben von inerten Materialien zu der die Verbindung vermittelnden Schicht erfolgen oder durch unterschiedliche prozentuale Flächenbedeckung dieser Schicht (z. B. 20, 40, 60, 80 und 100%), wobei die Flächenrasterung klein ist, gegen die Ausdehnung der Bestrahlungsfläche durch den Laser. Von diesen Proben werden einerseits der Kontaktwiderstand wie oben beschrieben und andererseits mit konventionellen Mitteln die Zugfestigkeiten (Zugfestigkeit ist die Normalspannung, die zur Trennung der Schichten führt) ermittelt. Daraus wird dann die Kalibrierkurve erzeugt. 60

Bestimmung der Qualität der Haftung. Der thermische Adhäsionskontaktwiderstand ergibt sich zu:

$$2 Ra = R - d/k, \quad 65$$

wobei  $R$  der Gesamtkontaktwiderstand,  $d$  die Dicke des Klebers,  $k$  dessen Wärmeleitfähigkeit.

Es werden folgende Schritte durchgeführt:

# DE 198 41 968 C 1

Bestimmung die Wärmeleitfähigkeit des Zwischenmediums (Kleber)

Bestimmung der thermischen Eigenschaften der Schichten ( $C_p$ ,  $r$ ,  $a$ )

Erstellung mindestens zweier Proben mit unterschiedlichen Klebfilmstärken ( $d_1$ ,  $d_2$ )

Bestimmung der thermischen Kontaktwiderstandswerte ( $R_1$ ,  $R_2$ ) mit der Laserflash-Methode, wie oben beschrieben, durch Anwendung des theoretischen Kontaktwiderstandsmodells.

Die Wärmeleitfähigkeit des Klebers ergibt sich zu:

$$k = (d_1 - d_2)/(R_1 - R_2)$$

Für Trocknungsprozesse zeigt sich eine Zunahme des thermischen Kontaktwiderstands mit der Zeit.

Diese charakteristische Änderung des Widerstands ermöglicht z. B. die Kontrolle oder Überwachung einer feuchten Beschichtung durch das Verfahren.

Der thermische Kontaktwiderstand eines Epoxid-Harz-Klebers fällt mit der Zeit ab. Nach zwei Stunden ändert sich der abfallende Trend des ermittelten Widerstandes:

Die Vernetzung des Klebstoffes beginnt zwei Stunden nach dem Zusammenmischen der zwei Komponenten (Angabe des Herstellers). Der Anstieg des Widerstands nach zwei Stunden weist auf diese chemische Änderung innerhalb des Klebstoffes hin. Nach abgeschlossener Vernetzung fällt der Kontaktwiderstand weiter ab bis zum Erreichen der Endfestigkeit.

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Bestimmung der Haftung in einem Schichtverbund mit folgenden Verfahrensschritten:

a) Bestrahlen einer Seite des Schichtverbundes mit einem kurzen Laserimpuls,

b) Erfassen des zeitlichen Temperaturverlaufs, der durch diesen Laserimpuls verursacht wird auf der anderen Seite des Schichtverbundes,

c) Bestimmen des thermischen Kontaktwiderstands dadurch, daß die mathematische Lösung eines Zweischichtenmodells für den Temperaturverlauf, in der der thermische Kontaktwiderstand als Parameter auftritt, an den gemessenen zeitlichen Temperaturverlauf angepaßt wird und

d) Ermitteln der Haftung aus dem thermischen Kontaktwiderstand mit Hilfe einer Kalibrierkurve, welche durch Messungen der Zugfestigkeit mit bekannten konventionellen Mitteln erhalten wurde.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Schichtverbund aus zwei Schichten besteht, welche mittels einer verbindenden Schicht aneinander gefügt sind.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Schichtverbund aus einer Schicht mit einseitiger Beschichtung besteht.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß durch ein geeignetes Raster von vielen Bestrahlungs- und Meßpunkten ein flächiger Schichtverbund erfaßt wird.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1, 2 oder 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Dicke und/oder die Leitfähigkeit der verbindenden Schicht bei der Auswertung berücksichtigt wird.

AN - 2000-424256 [37]  
TI - Two-dimensional quantitative mapping of laminar composite- and coating tenacity infers defects from high thermal resistance, when laser pulse induces measured heating profile on opposite side  
AB - DE19841968 NOVELTY - Two-dimensional quantitative mapping of laminar composite and coating tenacity comprises irradiating one side of the composite with a short laser pulse, and from the recorded resultant profile of temperature over time on the opposite side, the thermal contact resistance is determined. The mathematical solution of a two layer model for temperature variation is employed.  
- DETAILED DESCRIPTION - Preferred features: The two layers of the composite are joined by a further bonding layer. The composite is alternatively a single layer with a coating on one side. Measurements are taken from a planar composite, by irradiating many points in a pattern of scanning. Thickness and/or conductivity of the bonding layer is considered in the evaluation.  
- USE - To determine adhesion in a laminar composite. Diverse industrial applications are suggested (see also under advantage heading).  
- ADVANTAGE - The method derives from temperature measurement. Poor thermal conductivity is taken as a result of defective bonding, hence giving a quantitative result, when using the method described. In other words, thermal resistance is inversely proportional to bond strength (e.g. especially due to poor and localized contact, air inclusions). The new method is non-contacting, trouble-free and rapid in execution, with applications in industry for e.g. on-line inspection of hardening or drying of bonding materials. It can also be used in determining the thermal conductivity of adhesives. Other earlier methods can alter the nature of bonding. A two-dimensional picture of adhesion quality is obtained by scanning as suggested. Areas of application exist in e.g. vehicle and aerospace industries, in welding, soldering and coating, e.g. of turbine blades. Mathematics of transient thermal conduction are elaborated in the disclosure.  
- (Dwg.0/0)  
IW - TWO DIMENSION QUANTITATIVE MAP LAMINA  
COMPOSITE COATING TENACITY DEFECT HIGH THERMAL RESISTANCE LASER  
PULSE INDUCE MEASURE HEAT PROFILE OPPOSED SIDE  
PN - DE19841968 C1 20000629 DW200037 G01N25/18 006pp  
IC - G01N3/60 ;G01N25/18  
MC - A09-C A11-B05 A11-B09  
- S03-E01A S03-F02B  
DC - A35 S03  
PA - (GESL ) FORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE GMBH  
IN - DUSZA L; KRAFFT G; SCHULZ B  
AP - DE19981041968 19980914  
PR - DE19981041968 19980914





①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑪ **DE 3804968 A1**

⑳ Aktenzeichen: P 38 04 968.6  
㉔ Anmeldetag: 18. 2. 88  
㉕ Offenlegungstag: 31. 8. 89

㉖ Int. Cl. 4:  
**G 01 N 21/84**

G 01 N 21/47  
G 01 N 33/38  
G 01 N 19/04  
G 01 M 11/00

Behördeneigentum

㉚ Anmelder:

Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der  
angewandten Forschung eV, 8000 München, DE

㉜ Vertreter:

Hansmann, D., Dipl.-Ing., Pat.-Anw., 2000 Hamburg

㉚ Erfinder:

Echterhoff, Uwe, Dipl.-Ing., 2820 Bremen, DE

㉞ Verfahren zur zerstörungsfreien Prüfung von Steinzerfall

Bei einem Verfahren zur zerstörungsfreien Prüfung von Schichtablösungen an Steinen bei Steinzerfall sowie zur Messung der Haftung von Beschichtungen gegen Steinzerfall wird die von einem Prüfobjekt reflektierte Wärmestrahlung registriert. Dabei wird das Prüfobjekt zunächst durch eine externe Wärmequelle erwärmt, anschließend wird nach einer Wartezeit im Sekundenbereich ein Temperaturprofil der Oberfläche des Prüfkörpers aufgenommen und dieses hinsichtlich des Auftretens lokaler, auf das Vorhandensein von Schichtablösungen hindeutender Inhomogenitäten in Form von Temperaturspitzen überprüft.

DE 3804968 A1

DE 3804968 A1

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum zerstörungsfreien Prüfen von Schichtablösungen an Steinen sowie zur Messung der Haftung von Beschichtungen gegen Steinzerfall durch die Messung reflektierter Wärmestrahlung.

Der Einsatz thermischer Prüfverfahren, insbesondere auch der Infrarotthermographie, zur zerstörungsfreien Untersuchung von Prüfkörpern aller Art im Hinblick auf etwaige Fehlstellen ist bereits bekannt.

So wird die Infrarotthermographie, bei der die von einem Meßobjekt im infraroten Spektralbereich ausgesandte Strahlung erfaßt wird, unter anderem auch im Rahmen der Erhaltung kulturhistorisch wertvoller Gebäude und Baudenkmäler eingesetzt, um den Feuchtigkeitsgehalt des Mauerwerks zu bestimmen, wie dies in der Zeitschrift "Materialprüfung", Band 24, Nr. 1 (1981), Seite 5 bis 9, beschrieben ist. In dieser Schrift ist unter anderem ein Infrarot-Reflexionsverfahren angegeben, bei dem die durch Reflexion der von einer externen Infrarotlichtquelle ausgesandten Wärmestrahlung an einer Wandoberfläche erzeugte Strahlungsdichte mit Hilfe einer geeigneten Registriereinrichtung aufgenommen wird. Anhand des so ermittelten unterschiedlichen Reflexionsverhaltens einzelner Oberflächenbereiche des Mauerwerks kann eine Aussage über unterschiedliche Feuchtigkeitsgehalte dieser Oberfläche abgeleitet werden.

Neben der Feuchtigkeit stellen aber auch Schichtablösungen an Steinen, der sogenannte Steinzerfall, eine zunehmende Bedrohung für Baudenkmäler sowohl aus Natur- als auch aus Kunststein dar, der in erster Linie durch atmosphärische Einflüsse hervorgerufen wird. Deshalb ist es Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren anzugeben, das ein frühzeitiges Erkennen derartiger Schäden ermöglicht, ohne die Stoffeigenschaften des untersuchten Baukörpers zu beeinflussen.

Diese Aufgabe wird durch ein Verfahren gelöst, das durch die im Kennzeichen des Patentanspruches 1 angegebenen Merkmale charakterisiert ist. Der Nachweis von Steinzerfall in Form von Schichtablösungen an Denkmälern aus Natur- oder Kunststein beruht auf einer Vermessung des Temperaturprofils einer angewärmten Oberfläche, das von zwei Einflußgrößen bestimmt wird: dem Wärmefluß bzw. der Wärmeableitung im Meßobjekt und der Wärmeabstrahlung, d.h. der Eigenstrahlung durch das Meßobjekt. Steinablösungen lokaler Art sind dabei kurzzeitig als Temperaturspitzen (Bereiche erhöhter Temperaturen) im Temperaturprofil detektierbar.

Die Aufnahme des Temperaturprofils kann in vorteilhafter Weise entweder durch eine Flüssigkristallfolie oder aber mit Hilfe einer Infrarotkamera erfolgen. Es ist aber auch möglich, zu diesem Zweck fotoelektrische Wandler oder Heißleiter einzusetzen, wobei sich derartige Detektoren insbesondere für punktuelle Messungen bzw. für ein weitgehend automatisiertes Verfahren eignen, bei dem die Oberfläche des Prüfbereichs abgerastert wird. Für eine integrale Erfassung der Oberflächentemperatur sind neben den bereits genannten Meßeinrichtungen ferner auch fluoreszenzthermografische Nachweisverfahren geeignet.

Der Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens liegt dabei in jedem Fall in der Möglichkeit eines schnellen, großflächigen und die Stoffeigenschaften nicht beeinflussenden Nachweises der Hohlraumbildung bei Steinzerfall. Zugleich ermöglicht dieses Verfahren es auch,

die Wirksamkeit von Beschichtungen gegen das Auftreten von Steinzerfall zu überprüfen, da mit seiner Hilfe die Haftung derartiger Beschichtungen auf dem Substrat gemessen werden kann.

Ein Untersuchungsablauf zum Nachweis von Steinablösungen, d.h. von Steinzerfall, mit Hilfe des Verfahrens gemäß der Erfindung kann dabei wie folgt ablaufen:

Zunächst wird ein ausgewählter Sektor des Prüfbereichs durch Wärmestrahlung, die in diesem Fall von einer Infrarotlampe erzeugt wird, kurzzeitig auf eine Oberflächentemperatur erwärmt, die deutlich über der Umgebungstemperatur und der Eigentemperatur des Prüfbereichs liegt.

Anschließend wird eine kurze Wartezeit im Sekundenbereich eingehalten, während der die eingeleitete Wärmeenergie im Prüfbereich abfließen und in die Umgebung austreten kann.

Die Durchführung der Oberflächentemperaturmessung erfolgt in diesem Fall durch das Auflegen einer Flüssigkristallfolie, die auf einen Temperaturbereich wenig oberhalb der Objekt- und Umgebungstemperatur abgestimmt ist.

Schließlich werden durch Erkennen und Aufnehmen der Temperaturspitzen an der Oberfläche etwaige Fehlstellen, die sich durch deutliche Farbumschläge auf der Folie darstellen, registriert. Sie kennzeichnen auf die Oberfläche projizierte Bereiche des Prüfkörpers, in denen Schichtablösungen erfolgt sind, so daß sich die Anzahl und die Ausdehnung derartiger Bereiche unmittelbar angeben läßt.

Jede Schichtablösung beim Steinzerfall von Denkmälern ist dabei durch ein sich vorwiegend zweidimensional erstreckendes Volumen festen Materials gekennzeichnet, das von zwei Grenzflächen zwischen der gasförmigen Umgebung und der Schicht bzw. zwischen der Schicht und dem Substrat eingeschlossen wird. Die Grenzfläche zwischen der Schicht und dem Substrat trennt bei erfolgter Steinablösung zwei Materialgebiete mit unterschiedlichen physikalischen Eigenschaften.

Die makroskopische Beobachtung dieser Grenzflächen der Substanz wird durch Wärmeleitungsvorgänge ermöglicht.

Neben den Wärmeleitfähigkeiten des Schicht- und des Substratmaterials beeinflusst die Dicke der Schicht die Intensität der auftretenden Temperaturspitzen. Somit kann durch Messung der Umgebungstemperatur im Prüfbereich als Referenzgröße eine Aussage über diese Schichtdicke getroffen werden.

## Patentansprüche

1. Verfahren zum zerstörungsfreien Prüfen von Schichtablösungen an Steinen sowie zur Messung der Haftung von Beschichtungen gegen Steinzerfall durch die Messung reflektierter Wärmestrahlung, gekennzeichnet durch die folgenden Verfahrensschritte:

- Erwärmen des Prüfbereichs mittels einer externen Wärmequelle,
- nach einer Wartezeit im Sekundenbereich Aufnahme des Temperaturprofils der Oberfläche des Prüfkörpers,
- Detektieren lokaler Inhomogenitäten im so erhaltenen Temperaturprofil.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Erwärmen mittels der von einer Infrarotlichtquelle ausgehenden Wärmestrahlung erfolgt.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Erwärmen mittels Wärmeleitung durch Auflegen einer Wärmequelle erfolgt.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Temperaturprofil 5 mit einer Flüssigkristallfolie aufgenommen wird.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Temperaturprofil mit einer Infrarotkamera aufgenommen wird.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

---

- Leerseite -